

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-111421

(43) 公開日 平成9年(1997)4月28日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 2 C 38/00	3 0 3		C 2 2 C 38/00	3 0 3 S
33/02			33/02	M
H 0 1 F 1/147			H 0 1 F 1/14	A
1/153				C

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平7-272265

(22) 出願日 平成7年(1995)10月20日

(71) 出願人 000134257

株式会社トーキン

宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号

(72) 発明者 石川 洋

宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号

株式会社トーキン内

(72) 発明者 大槻 悦夫

宮城県仙台市太白区郡山6丁目7番1号

株式会社トーキン内

(72) 発明者 荒井 賢一

宮城県仙台市泉区山の寺2丁目28番9号

(74) 代理人 弁理士 後藤 洋介 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高電気抵抗磁性材料及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 高い飽和磁束密度を持ち、かつ磁気損失の小さな、つまり電気抵抗の大きな磁性材料と、この磁性材料を用いた線輪部品と、その製造方法とを提供すること。

【解決手段】 高透磁率アモルファス合金をその結晶化温度以上で酸素ガス、窒素ガス及びアンモニアガスのうちの少なくとも一種を含有する雰囲気中で熱処理することによって高電気抵抗磁性材料を製造する。この高電気抵抗磁性材料は、高透磁率合金よりなる結晶粒と、前記結晶粒の周囲に形成された、酸化物又は窒化物のうちの少なくとも一種とを備えており、結晶粒径が500オングストローム以下の極微細結晶粒の集合体から成る。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 高透磁率合金よりなる結晶粒と、前記結晶粒の周囲に形成された、酸化物又は窒化物のうちの少なくとも一種とを備え、結晶粒径が500オングストローム以下の極微細結晶粒の集合体から成ることを特徴とする高電気抵抗磁性材料。

【請求項2】 請求項1記載の高電気抵抗磁性材料を製造する方法において、高透磁率アモルファス合金をその結晶化温度以上で酸素ガス、窒素ガス及びアンモニアガスのうちの少なくとも一種を含有する雰囲気中で熱処理

10 することを特徴とする高電気抵抗磁性材料の製造方法。

【請求項3】 請求項1記載の高電気抵抗材料を巻コア状態で備えていることを特徴とする線輪部品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、インダクタンス素子、電源トランス等の線輪部品、特に、平滑チョークコイルに用いられる高磁性率合金磁芯等に利用される高周波用の高電気抵抗磁性材料とその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】現在、チョークコイルは小型化が著しく進んでいる。この小型の際に、チョークコイルのコア材料要求されるのは、高周波領域における磁気損失が小さいということであった。したがって、従来においては高周波域での磁気損失の小さい材料、つまり電気抵抗の大きな材料であるフェライトが使用されてきた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、フェライトでは飽和磁束密度が低くせいぜい3〜5KGでしかなく、すぐ飽和してしまい、飽和させないようにするには先のチョークコイルのトレンドに逆交して大型化の方向に進まなければならない、小型化するのが困難であった。

【0004】そこで、本発明の技術的課題は、高い飽和磁束密度を持ち、かつ磁気損失の小さな、つまり電気抵抗の大きな磁性材料とその製造方法とを提供することにある。

【0005】また、本発明の特別の技術的課題は、前記磁性材料を用いた線輪部品を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、高透磁率合金よりなる結晶粒と、前記結晶粒の周囲に形成された酸化物又は窒化物のうちの少なくとも一種とを備え、結晶粒径が500オングストローム以下の極微細結晶粒の集合体からなることを特徴とする高電気抵抗磁性材料が得られる。

【0007】また、本発明によれば、アモルファス合金をその結晶化温度以上で酸素ガス、窒素ガスのどちらか一方を含有する雰囲気中で熱処理することを特徴とする高電気磁性材料の製造方法が得られる。

【0008】また、本発明によれば、前記高電気抵抗磁性材料を巻コア状態で備えていることを特徴とする線輪部品が得られる。

【0009】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の一形態について説明する。

【0010】予め冷却ロール上方に保持された溶湯ノズル中で、Fe bal M₁₅₋₃₀B₁₀₋₂₀（但し、Mは、Si, Zr, Co, Ni, Moのうちの少なくとも1種）の合金組成に配合されたインゴットを、大気、Ar, N₂, O₂及びNH₃雰囲気中で高周波溶解した後、予め定められた回転数で回転している冷却ロール上にガス加圧によって溶湯を噴出した。これにより、リボン試料を作製した。ここで得られた試料のマトリックスが非晶質化していることの確認はX線回折により行い、結晶性の鋭い回折ピークのないことにより、非晶質化が確認された。その後、得られたリボン試料を電気炉にて500〜650℃×0.5〜50Hrで大気中雰囲気中で熱処理し、予め定められた冷却速度で室温まで冷却した。かくして得られた製品を樹脂埋め込みによって固定し、その断面を、研磨し、最後にバフ研磨し、弗硝酸にてエッチングしたのち、EDXにて、結晶粒内及び結晶粒の回りを線分析等を行った結果、結晶粒内部は上部磁性体合金組成が得られた。そしてその結晶粒の周囲については結晶粒内部の組成及び酸素を同時に検出し、EDX分析によりFe-Si-O系の酸化物を検出し、さらに結晶粒径を測定したところ、約270オングストロームであって、最大でも500オングストロームを越えるようなものは確認されなかった。尚、本発明の実施の一形態に係るリボン試料は、巻コア状態でチョークコイルに使用される。

【0011】

【実施例】以下、本発明の実施例について説明する。

【0012】（実施例1）まず、予め冷却ロール上方に保持された石英製ノズル中で、Fe bal Si₁₅B₁₅の合金組成に配合されたインゴットをアルゴン雰囲気中で高周波溶解した後、4000rpmで回転している冷却ロール上にアルゴンガス加圧によって溶湯を噴出した。これにより幅5mm、板厚0.02mm、長さ100mmのリボン試料を作製した。ここで得られた試料のマトリックスが非晶質化していることの確認はX線回折により行い、結晶性の鋭い回折ピークのないことにより、非晶質化が確認された。その後、得られたリボン試料を電気炉にて580℃×0.5Hrで大気中雰囲気中で熱処理し、100℃/min以下の冷却速度で室温まで冷却した。かくして得られた製品を樹脂埋め込みによって固定し、その断面を#320から#1500まで研磨し、最後にバフ研磨し、弗硝酸にてエッチングしたのち、EDXにて、結晶粒内及び結晶粒の回りを線分析等を行った結果、結晶粒内部は上記磁性体合金組成が得られた。

【0013】そしてその結晶粒の回りについては結晶粒内部の組成及び酸素を同時に検出し、EDX分析によりFe-Si-O系の酸化物を検出し、さらに結晶粒径を測定したところ、約270オングストロームであって、最大でも500オングストロームを越えるようなものは確認されなかった。

【0014】（実施例2）まず、予め冷却ロール上方に保持された石英製ノズル中で、Fe bal Si₁₀B₁₅, Fe bal Zr₅Si₁₀B₁₅, Fe bal Co₂₀Si₁₀B₁₅, Fe bal Ni₁₀Si₁₀B₁₅及びFe bal Mo₁₀Si₁₀B₁₅の合金組成に配合されたインゴットをアルゴン雰囲気中で高周波溶解した後、4000rpmで回転している冷却ロール上にアルゴンガス加圧によって溶湯*

*を噴出した。これにより幅5mm、板厚0.02mm、長さ100mのリボン試料を作製した。ここで得られた試料のマトリックスが非晶質化していることの確認はX線回折により行い、結晶性の鋭い回折ピークのないことにより、非晶質化が確認された。その後、得られたリボン試料を電気炉にて580℃×0.5hrで大気中、Ar+20%O₂, Ar+20%N₂及び比較例としてAr雰囲気中の4種類の雰囲気中で熱処理し、100℃/min以下の冷却速度で室温まで冷却した。かくして得られた製品の電気抵抗について下記表1に併記した。なお電気抵抗は常温で4端子法にて測定した。

【0015】

【表1】

試料番号	合金組成 (at%)	雰囲気*	電気抵抗 (μΩcm)	10e印加での磁束密度 (T)
試料1	Fe bal Si ₁₀ B ₁₅	大気中	200	1.5
試料2	Fe bal Si ₁₀ B ₁₅	Ar+20% O ₂	175	1.6
試料3	Fe bal Si ₁₀ B ₁₅	Ar+20% N ₂	187	1.6
試料4	Fe bal Si ₁₀ B ₁₅	Ar中	123	1.6
試料5	Fe bal Zr ₅ Si ₁₀ B ₁₅	大気中	250	1.45
試料6	Fe bal Zr ₅ Si ₁₀ B ₁₅	Ar+20% O ₂	215	1.5
試料7	Fe bal Zr ₅ Si ₁₀ B ₁₅	Ar+20% N ₂	193	1.55
試料8	Fe bal Zr ₅ Si ₁₀ B ₁₅	Ar中	128	1.55
試料9	Fe bal Co ₂₀ Si ₁₀ B ₁₅	大気中	197	1.7
試料10	Fe bal Co ₂₀ Si ₁₀ B ₁₅	Ar+20% O ₂	173	1.65
試料11	Fe bal Co ₂₀ Si ₁₀ B ₁₅	Ar+20% N ₂	184	1.80
試料12	Fe bal Co ₂₀ Si ₁₀ B ₁₅	Ar中	125	1.65
試料13	Fe bal Ni ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	大気中	201	1.50
試料14	Fe bal Ni ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	Ar+20% O ₂	175	1.60
試料15	Fe bal Ni ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	Ar+20% N ₂	184	1.65
試料16	Fe bal Ni ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	Ar中	124	1.60
試料17	Fe bal Mo ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	大気中	199	1.4
試料18	Fe bal Mo ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	Ar+20% O ₂	180	1.5
試料19	Fe bal Mo ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	Ar+20% N ₂	184	1.45
試料20	Fe bal Mo ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	Ar中	123	1.5

【0016】上記表1にいて、例えば、試料2と試料4の比較において、不活性ガス雰囲気においてよりも酸素を含んだ雰囲気での結晶化熱処理品の方がかなりの電気抵抗の上昇が認められる。このことは実施例のように結晶粒の周囲に高電気抵抗物質が存在していることを示

し、いずれも比較例であるAr雰囲気中での熱処理と比べ、それ以外の酸素や窒素が存在する雰囲気でのものが明らかにその電気抵抗値が高く、かつAr+20%O₂やAr+20%N₂よりも大気中のものの方が電気抵抗の上昇度大きい。

【0017】よって、大気中雰囲気での結晶化熱処理の条件で行うことが高電気抵抗を引き出すこととなり、好ましいと思われる。尚、熱処理での試料の磁束密度の差は、ほとんど見られなかった。

【0018】（実施例3）まず、予め冷却ロール上に保持された石英製ノズル中で、Fe bal Si₁₀B₁₅、Fe bal Zr₅Si₁₀B₁₅、Fe bal Co₂₀Si₁₀B₁₅、Fe bal Ni₁₀Si₁₀B₁₅及びFe bal Mo₁₀Si₁₀B₁₅の合金組成に配合されたインゴットをアルゴン雰囲気中で高周波溶解した後、4000rpmで回転している冷却ロール上にアルゴンガス加圧によって溶湯を噴出した。これにより幅5mm、板厚0.02mm、長さ100mのリボン試料を作製した。ここで得られた*

* 試料のマトリックスが非晶質化していることの確認はX線回折により行い、結晶性の鋭い回折ピークのないことにより、非晶質化が確認された。その後、得られたリボン試料を電気炉にて580℃×0.5hrでN₂、N₂+20%NH₃、N₂+50%NH₃、N₂+80%N₂及び比較例としてAr雰囲気の4種類の雰囲気中で熱処理し、100℃/min以下の冷却速度で室温まで冷却した。かくして得られた製品の電気抵抗について下記表2に併記する。なお電気抵抗は常温で4端子法にて測定した。

【0019】

【表2】

試料番号	合金組成 (at%)	雰囲気*	電気抵抗 (μΩcm)	10e印加での磁束密度 (T)
試料1	Fe bal Si ₁₀ B ₁₅	N ₂	180	1.5
試料2	Fe bal Si ₁₀ B ₁₅	N ₂ + 20% NH ₃	185	1.6
試料3	Fe bal Si ₁₀ B ₁₅	N ₂ + 50% NH ₃	193	1.65
試料4	Fe bal Si ₁₀ B ₁₅	Ar	123	1.6
試料5	Fe bal Zr ₅ Si ₁₀ B ₁₅	N ₂	178	1.45
試料6	Fe bal Zr ₅ Si ₁₀ B ₁₅	N ₂ + 20% NH ₃	181	1.5
試料7	Fe bal Zr ₅ Si ₁₀ B ₁₅	N ₂ + 50% NH ₃	190	1.55
試料8	Fe bal Zr ₅ Si ₁₀ B ₁₅	Ar	126	1.55
試料9	Fe bal Co ₂₀ Si ₁₀ B ₁₅	N ₂	165	1.7
試料10	Fe bal Co ₂₀ Si ₁₀ B ₁₅	N ₂ + 20% NH ₃	171	1.60
試料11	Fe bal Co ₂₀ Si ₁₀ B ₁₅	N ₂ + 50% NH ₃	172	1.70
試料12	Fe bal Co ₂₀ Si ₁₀ B ₁₅	Ar	125	1.65
試料13	Fe bal Ni ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	N ₂	164	1.50
試料14	Fe bal Ni ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	N ₂ + 20% NH ₃	172	1.50
試料15	Fe bal Ni ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	N ₂ + 50% NH ₃	172	1.55
試料16	Fe bal Ni ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	Ar	124	1.60
試料17	Fe bal Mo ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	N ₂	163	1.40
試料18	Fe bal Mo ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	N ₂ + 20% NH ₃	170	1.50
試料19	Fe bal Mo ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	N ₂ + 50% NH ₃	173	1.55
試料20	Fe bal Mo ₁₀ Si ₁₀ B ₁₅	Ar	123	1.50

【0020】上記表2において、試料2と試料4とを比較すると、窒素ガス雰囲気中よりもその窒素ガスにアンモニアを含んだ雰囲気での結晶化熱処理品の方がかなりの電気抵抗の上昇が認められる。このことは実施例のように窒素単独よりもアンモニアを適当に含んだ方が結晶

粒の回りに高電気抵抗物質が存在していることを指す。

【0021】よって、窒素+アンモニア混合ガス中雰囲気での結晶化熱処理の条件で行うことが高電気抵抗を最も引き出す条件となり、非常に好ましいと思われる。

【0022】尚、熱処理での磁束密度の差はほとんどみ

られなかった。

【0023】（実施例4）まず、予め冷却ロール上方に保持された石英製ノズル中で、 $\text{Fe bal Si}_{10}\text{B}_{15}$ 、 $\text{Fe bal Zr}_5\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ 、 $\text{Fe bal Co}_{20}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ 、 $\text{Fe bal Ni}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ 及び $\text{Fe bal Mo}_{10}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ の合金組成に配合されたインゴットをアルゴン雰囲気中で高周波溶解した後、4000rpmで回転している冷却ロール上にアルゴンガス加圧によって溶湯を噴出した。これにより幅5mm、板厚0.02mm、長さ100mmのリボン試料を作製した。ここで得られた10試料のマトリックスが非晶質化していることの確認はX*

*線回折により行い、結晶性の鋭い回折ピークのないことにより、非晶質化が確認された。その後、得られたリボン試料を電気炉にて580℃で大気中の雰囲気中で熱処理した。熱処理時間を0.1Hr、0.2Hr、0.5Hr、1Hrの4条件で実験を行った。

【0024】その後100℃/min以下の冷却速度で室温まで冷却した。かくして得られた製品の電気抵抗について下記表3に示した。なお電気抵抗は常温で4端子法にて測定した。

【0025】

【表3】

Ar + 20% O ₂ 雰囲気	合金組成 (at%)	熱処理時間 (Hr)	電気抵抗 ($\mu\Omega\text{cm}$)
試料1	$\text{Fe bal Si}_{10}\text{B}_{15}$	0.5	175
試料2	$\text{Fe bal Si}_{10}\text{B}_{15}$	1.0	188
試料3	$\text{Fe bal Si}_{10}\text{B}_{15}$	5.0	321
試料4	$\text{Fe bal Si}_{10}\text{B}_{15}$	50.0	405
試料5	$\text{Fe bal Zr}_5\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$	0.5	250
試料6	$\text{Fe bal Zr}_5\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$	1.0	282
試料7	$\text{Fe bal Zr}_5\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$	5.0	407
試料8	$\text{Fe bal Zr}_5\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$	50.0	511

【0026】上記表3において、例えば、試料2と試料4とを比較すると、熱処理時間が長くなるにつれて、かなりの電気抵抗の上昇（倍以上）が認められる。このことは実施例1のように結晶粒の回りに高電気抵抗物質がその内部に数多く浸透させることができたことを意味しており、結果として全体としての電気抵抗が上昇してい 30
るものと考えられる。尚、熱処理した試料としないものとの磁束密度の差は、ほとんど見られなかった。 ※

※【0027】

【発明の効果】以上、説明したように、本発明によれば、結晶粒の回りに高抵抗物質の導入することによって電気抵抗が著しく飛躍的に改善された高電気抵抗磁性材料とその製造方法とを提供することができる。

【0028】さらに、本発明によれば、前記したような利点を備えた高電気抵抗磁性材料を用いた線輪部品を提供することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 石山 和志

宮城県仙台市青葉区柏木1丁目5-8-

801